



PROSES PEMBUATAN MAGNESIUM SULFAT DARI BITTERN DAN ASAM SULFAT

Sani

Jurusan teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri UPN "Veteran" Jawa Timur
Jl. Raya Rungkut Madya, Gunung Anyar Surabaya Telp (031) 8706369, fax (031) 8706372

ABSTRAK

Bittern adalah cairan pekat yang diperoleh dari hasil limbah Pabrik garam, jumlahnya sangat melimpah. Bittern mengandung berbagai mineral, mineral ini terjadi karena tidak ikut mengkristal saat pembuatan garam. Mineral-mineral yang mempunyai konsentrasi tinggi antara lain: magnesium (Mg), Natrium (Na) dan kalsium (Ca).

Tingginya kandungan Mg layak untuk dipertimbangkan sebagai bahan baku pembuatan MgSO_4 . Dalam penelitian ini, pengambilan magnesium dari bittern adalah dalam bentuk magnesium hidroksid, yaitu dengan menambahkan NaOH kedalam bittern. Setelah didapat $\text{Mg}(\text{OH})_2$ kemudian ditambah H_2SO_4 untuk membentuk MgSO_4 . Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh perbandingan mol $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan H_2SO_4 , pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu reaksi terhadap pembentukan MgSO_4 . Peubah yang ditetapkan berat $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 10 gram, konsentrasi H_2SO_4 25% dan suhu 80 °C, sedangkan peubah yang dijalankan adalah perbandingan mol $\text{Mg}(\text{OH})_2:\text{H}_2\text{SO}_4$ (1:1; 1:1,2; 1:1,4; 1:1,6 dan 1:1,8), kecepatan pengadukan (100, 150, 200, 250 dan 300 rpm) dan waktu reaksi (20, 25, 30, 35 dan 40 menit).

Hasil terbaik dari penelitian ini adalah berat produk Mg SO_4 sebesar 22,1729 gram ini diperoleh pada perbandingan mol 1:1,8 dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada waktu reaksi 40 menit.

Kata kunci: Bittern

ABSTRACT

Bittern is condensed dilution which obtained from salt manufacture waste. This process produce large amount of Bittern. While Bittern contains several minerals, this mineralization occurs because its substance do not crystallized during salt creation process. Minerals having high concentration for example: magnesium (Mg), Natrium (Na) and of calcium (Ca).

Hilghly Mg concentration from the process could be considered to be part of MgSO_4 creation component. In this research, Magnesium is taken from bittern in the form of Magnesium Hidrokside by putting NaOH into bittern. After $\text{Mg}(\text{OH})_2$ is formed, H_2SO_4 is added to form MgSO_4 . The purpose of this research is to understand the influence of mol comparison of $(\text{OH})_2$ with H_2SO_4 , sitirring speed and reaction time of MgSO_4 forming process. Condition of this process specified by 10 gram of $\text{Mg}(\text{OH})_2$, using 25% of H_2SO_4 concentration in the temperature of 80 °C. Respon variable determined by mol comparison of $\text{Mg}(\text{OH})_2:\text{H}_2\text{SO}_4$ are 1:1; 1:1,2; 1:1,4; 1:1,6 dan 1:1,8; stirring speed are 100, 150, 200, 250 and 300 rpm and reaction time are 20, 25, 30, 35 and 40 minutes.

Best result gathered with 1:1,8 of mol comparison using 300 rpm of stirring speed and 40 minutes reaction time, which is produces 22,1729 gram of MgSO_4 .

Keyword: Bittern

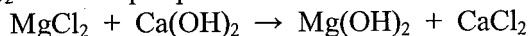
PENDAHULUAN

Indonesia merupakan Negara agraris yang memiliki perairan laut cukup luas dan dikenal sebagai negara penghasil garam. Di Indonesia juga terdapat beberapa industri garam, daerah - daerah penghasil garam terdapat di pesisir pantai pulau Jawa dan Madura. Sekitar 87% daerah penggaraman di Indonesia terletak pada kedua pulau tersebut. Pembuatan garam di Indonesia umumnya dengan cara penguapan air laut di petak-petak tanah yang luas dengan bantuan sinar matahari. Dari penguapan tersebut akan mengendap garam NaCl dan tersisa cairan yang dikenal sebagai bittern. Bittern merupakan cairan induk penggaraman yang mengandung ion magnesium sekitar 50 gr/liter (*Sutiyono, 1995*). Bittern didapatkan juga dari larutan hasil pencucian pada proses pemurnian garam NaCl. Biasanya bittern dibuang kembali ke dalam laut dalam jumlah relative banyak mencapai ribuan meter kubik per hari pada musim pembuatan garam.

Di dalam bittern masih terkandung garam - garam seperti : CaCl_2 , MgCl_2 , MgSO_4 , NaCl, dan lain-lain yang apabila diproses lebih lanjut akan mempunyai manfaat dan nilai ekonomi, terutama kandungan magnesium. Dengan melimpahnya bittern sisa proses penggaraman dengan cara penguapan air laut, dan tingginya kandungan Mg di dalamnya, maka bahan tersebut kiranya layak untuk dipertimbangkan sebagai bahan baku pembuatan MgSO_4 . Senyawa magnesium banyak digunakan dalam berbagai industri seperti : industri pakan ternak, additive pada boiler, pigment pada cat dan pernis, industri baja, industri obat-obatan juga dalam industri pupuk. Di alam MgSO_4 banyak ditemukan bercampur dengan penguapan air laut. Metode yang lain untuk memproduksi epsomite ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) adalah mereaksikan H_2SO_4 dengan salah satu magnesita (MgO), atau magnesit (MgCO_3). Dapat juga dengan cara melarutkan kieserite (Magnesium Sulfat Monohydrate) dan setelah itu dikenakan proses pendinginan dari hasil larutan tersebut.

Dalam penelitian terdahulu, usaha pengambilan magnesium dari garam rakyat secara batch telah dilakukan, dengan cara menambahkan Ca(OH)_2 (kapur padam) ke dalam larutan garam rakyat yang disertai dengan pengadukan dan pemanasan (*Istiawan dkk, 1985*).

Reaksi cairan dengan butir padatan dalam reaktor pipa berpenghalang miring telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya. (*Izidin, 1993*) melakukan pembuatan aluminium sulfat dari air Rawah Ijen dan bauksit secara sinambung di dalam reaktor pipa berpenghalang miring yang bergerigi, disertai dengan penggelembungan udara sebagai pengaduk. Konversi pembentukan aluminium sulfat mencapai 90% dengan kemurnian hasil 94,7%. Langkah yang menentukan adalah reaksi kimia dan mekanisme reaksi mengikuti teori Shrinking Core Model. Reaksi yang terjadi antara MgCl_2 dalam bittern dengan Ca(OH)_2 dalam kapur padam adalah :



Pengambilan magnesium dari bittern dalam bentuk magnesium hidroksid, ditambahkan kapur padam dan proses dijalankan dalam reaktor tegak berpenghalang miring secara sinambung dengan prinsip arus berlawanan arah. dengan berbagai macam kecepatan aliran udara pengaduk, suhu, perbandingan mol Ca(OH)_2 - MgCl_2 dan konsentrasi awal magnesium klorid. Dari penelitian yang telah dilakukan dapat di peroleh kecepatan reaksi antara magnesium klorid dalam bittern dengan kapur padam dikendalikan oleh reaksi kimia, Reaksi kimia yang terjadi berorde semu. Tetapan kecepatan reaksi mempunyai hubungan eksponensial dengan suhu dan hubungan log-log dengan perbandingan mol Ca(OH)_2 - MgCl_2 dan konsentrasi awal magnesium klorid. Dan keadaan proses yang relatif baik dicapai pada kecepatan aliran udara pengaduk 281 ml/menit, suhu 302°K, perbandingan mol Ca(OH)_2 - MgCl_2 sekitar 3 dengan konsentrasi awal magnesium klorid 0,34 mg mol/ml. Pada keadaan ini konversi MgCl_2 mencapai 89,17% (*Sutiyono, 1995*).



Isolasi magnesium bebas natrium dari bittern menggunakan larutan NaOH dan Ca(OH)_2 dengan berbagai macam konsentrasi dan beberapa jenis air pencuci yaitu air laut, air PAM, dan aquadest. Dari hasil penelitian tersebut, dapat disimpulkan bahwa penggunaan NaOH sebagai basa untuk mengendapkan Mg(OH)_2 lebih mudah penanganannya daripada Ca(OH)_2 . Hal ini dikarenakan Ca(OH)_2 lebih sulit larut dalam air, sehingga akan ada sisa padatan Ca(OH)_2 yang bercampur dengan Mg(OH)_2 . Selain itu juga didapatkan konsentrasi basa NaOH terbaik adalah 7,5% dengan air pencuci aquadest. Karena pada konsentrasi yang lebih tinggi endapan Mg(OH)_2 yang terbentuk berbentuk gel dan sulit untuk dipisahkan (*Judjono dan Roesyadi, 2000*). Dengan dasar penelitian terdahulu, penelitian ini menggunakan hasil – hasil terbaiknya untuk memperoleh hasil yang optimal yaitu dengan penambahan NaOH 7,5% dan menggunakan aquadest sebagai air pencuci Mg(OH)_2 .

Pembuatan MgSO_4 dari peneliti sebelumnya dilakukan dengan cara mereaksikan Mg(OH)_2 dengan H_2SO_4 . Dalam penelitian ini variabel yang dijalankan diantaranya konsentrasi H_2SO_4 , kadar air Mg(OH)_2 , dan waktu reaksi. Dari penelitian tersebut didapat kondisi operasi yang optimal pada Mg(OH)_2 30%, H_2SO_4 25% dengan waktu 45 menit (*Widya hapsari, 2004*).

Setelah mempelajari peneliti sebelumnya, dalam penelitian ini menggunakan kondisi operasi terbaik yaitu menggunakan basa NaOH 7,5 % dan konsentrasi H_2SO_4 25% dengan peubah perbandingan mol, kecepatan pengadukan, dan waktu reaksi.

Bittern

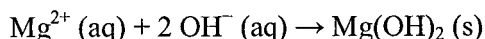
Bittern adalah larutan jenuh sisa hasil kristalisasi pembuatan garam, baik yang dilakukan dengan penguapan sinar matahari ataupun dengan bantuan kristalisator. Bittern banyak mengandung senyawa kalium klorida, magnesium klorida, dan natrium klorida sisa. Komposisi ini mirip dengan batuan carnallite yang tersusun dari gabungan garam KCl, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Dengan memperhatikan komposisinya bittern berpotensi untuk dijadikan bahan baku kalium klorida, magnesium sulfat ataupun garam rendah natrium.

Berikut tabel komposisi bittern yang di dapatkan dari PT. Garam (Persero), dan Hasil analisa komposisi bittern pada 30,2° Be Lab TAKI Teknik Kimia ITS.

Komponen	Satuan	Komposisi
Na^+	% (w/w)	12,81
Cl^-	% (w/w)	17,44
K^+	% (w/w)	0,33
Mg^{2+}	% (w/w)	3,88
SO_4^{2-}	% (w/w)	6,63
Br^-	% (w/w)	Trace
Ca^{2+}	% (w/w)	0,02
Fe^{2+}	ppm	0,08
H_2O	% (w/w)	73,60

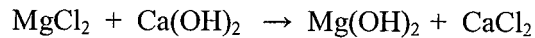
Magnesium Hidroksid (Mg(OH)_2)

Magnesium hidroksid merupakan komponen anorganik dengan rumus kimia Mg(OH)_2 , biasa disebut juga dengan "Milk of Magnesia". Bentuk mineral padat dari magnesium hidroksid adalah brucite. Magnesium hidroksid tidak larut dalam air dimana kelarutannya sekitar $1,5 \times 10^{-11}$. Magnesium hidroksid dapat mengendap dengan cepat pada reaksi antara garam magnesium dan sodium, potassium atau ammonium hidroksid reaksinya:



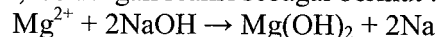


Cara lain untuk menghasilkan magnesium hidroksid adalah dengan mengambil magnesium dari bittern yang ditambahkan kapur padam dan proses dijalankan dalam reaktor tegak berpenghalang miring secara sinambung dengan prinsip arus berlawanan arah dengan berbagai macam kecepatan aliran udara pengaduk, suhu, perbandingan mol Ca(OH)_2 dengan MgCl dan konsentrasi awal magnesium chlorid (Sutiyono, 1995). Dengan reaksi sebagai berikut:



menghasilkan 1,5 kg Mg(OH)_2 yang selanjutnya digunakan sebagai variabel yang ditetapkan dalam pembuatan MgSO_4 . Dari penelitian diatas kondisi proses yang relatif baik dicapai pada kecepatan aliran udara pengaduk 281 ml/menit, suhu 302°K , perbandingan mol Ca(OH)_2 dengan MgCl sekitar 3, dan konsentrasi awal magnesium khlorid 0,34 mg mol/ml. Pada keadaan ini konversi MgCl_2 mencapai 89,17%.

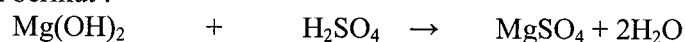
Dengan pertimbangan dari peneliti terdahulu, dalam penelitian ini pembuatan magnesium hidroksid dari bittern, diperoleh dengan mengambil bittern dari hasil buangan Pabrik garam yang mengandung ion magnesium kemudian direaksikan dengan NaOH yang bersifat basa. Pemilihan NaOH dalam proses ini dikarenakan NaOH lebih mudah penanganannya dari pada Ca(OH)_2 karena Ca(OH)_2 lebih sulit larut dalam air sehingga akan ada sisa padatan Ca(OH)_2 yang bercampur dengan Mg(OH)_2 . Bittern yang digunakan dalam proses ini sebanyak 20 liter dicampur dengan NaOH dan konsentrasi larutan sebesar 7,5% dengan reaksi sebagai berikut :



Magnesium Sulfat (MgSO_4).

Pembuatan MgSO_4 dari peneliti sebelumnya dilakukan dengan cara mereaksikan Mg(OH)_2 dengan H_2SO_4 . Dalam penelitian ini variabel yang dijalankan diantaranya konsentrasi H_2SO_4 , kadar air Mg(OH)_2 , dan waktu reaksi. Dari penelitian tersebut didapat kondisi operasi yang optimal pada Mg(OH)_2 30%, H_2SO_4 25% dengan waktu 45menit (Widya hapsari, 2004).

Mg(OH)_2 yang diperoleh kemudian direaksikan dengan asam sulfat melalui beberapa peubah yang di jalankan antara lain adalah: perbandingan mol, kecepatan pengadukan, dan waktu reaksi. Mg(OH)_2 direaksikan dengan asam sulfat dengan reaksi sebagai berikut :

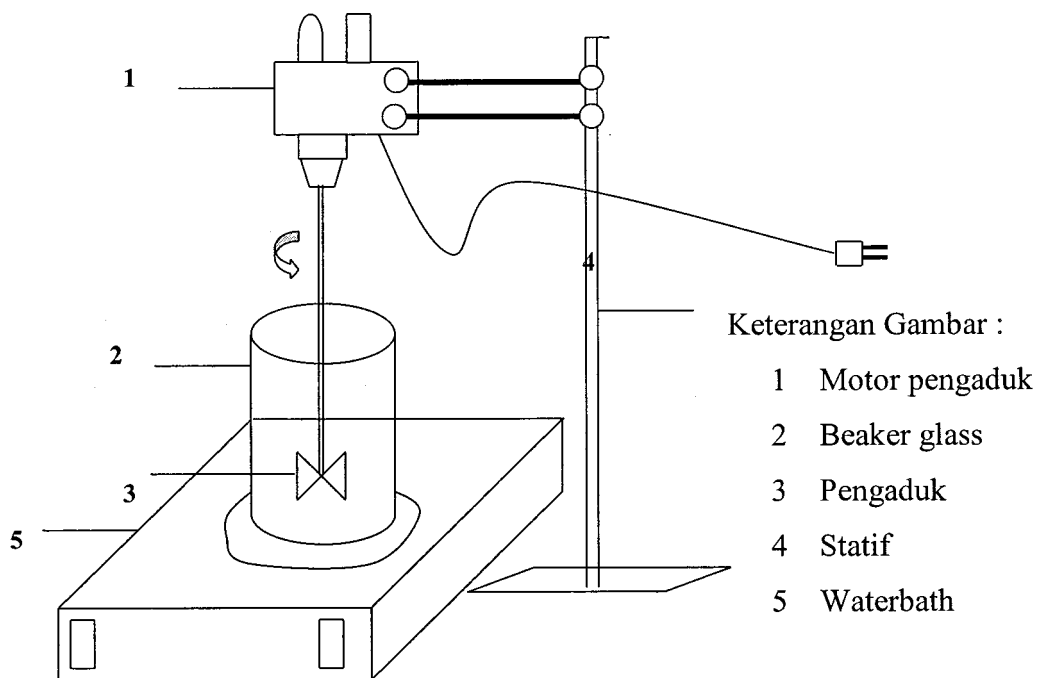


METODE PENELITIAN

Bahan yang dipergunakan dalam pembuatan magnesium sulfat adalah Bittern yang diperoleh dari PT.GARAM PERSERO DI Madura.

Gambar dan Rangkaian Alat

Sistem peralatan terlihat seperti pada gambar dibawah ini :

**Peubah Penelitian:**

Peubah yang ditetapkan dalam pembuatan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ adalah: Perbandingan berat bittern : NaOH : 12,5 : 1. Peubah yang ditetapkan pada pembuatan MgSO_4 yaitu: Berat $\text{Mg}(\text{OH})_2$ = 10 gram, konsentrasi H_2SO_4 : 25%, suhu: 80°C .

Peubah yang dikerjakan:

Perbandingan mol $\text{Mg}(\text{OH})_2$: H_2SO_4 : 1:1; 1:1,2; 1:1,4; 1:1,6; 1:1,8

Kecepatan pengadukan (rpm) : 100, 150, 200, 250, 300

Waktu reaksi (menit) : 20, 25, 30, 35, 40

Prosedur Penelitian:

Pembuatan $\text{Mg}(\text{OH})_2$: Bittern dimasukkan terlebih dahulu di dalam tangki kemudian dicampur dengan NaOH secara perlahan – lahan disertai pengadukan dengan kecepatan 100 rpm selama ± 10 menit hingga semua larutan bercampur kemudian diendapkan selama 24 jam. Setelah semua mengendap disaring menggunakan pompa vacuum, endapan dicuci menggunakan aquadest, pencucian diulang-ulang sampai 5 kali untuk meminimalkan kandungan Na dalam endapan $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Kemudian dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring wodman dengan bantuan pompa vacuum, karena endapan yang terbentuk menyerupai bubuk sehingga sulit dipisahkan dengan i filtratnya. Hasilnya dikeringkan kemudian ditimbang. Hasil $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dari 20 liter bittern direaksikan dengan NaOH sebanyak 2,06 kg sehingga konsentrasi NaOH 7,5%, menghasilkan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ sebanyak 1,5 kg.

Hasil analisa $\text{Mg}(\text{OH})_2$

Parameter	Hasil analisa
Kadar Na	0,324%
Kadar Mg^{2+}	27,21 %

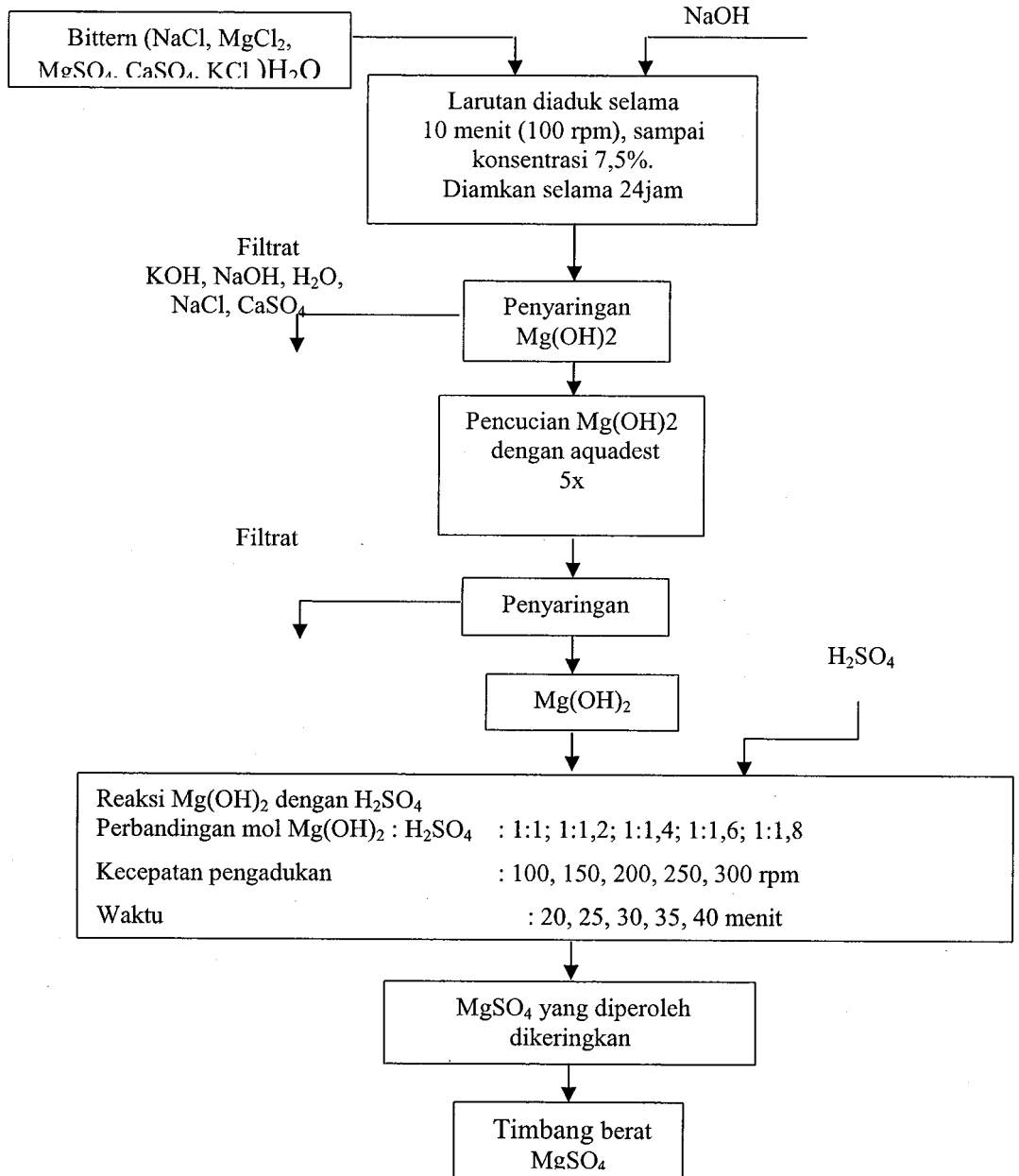
Pembuatan MgSO_4 :

$\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang diperoleh ditimbang 10 gr ditambahkan dengan larutan asam sulfat (H_2SO_4) 25% dengan perbandingan mol 1:1 kemudian dilakukan pengadukan sesuai

dengan variable yang dijalankan, dan waktu reaksi sesuai peubah. Suhu reaksi ditetapkan 80 °C, MgSO_4 yang diperoleh dikeringkan, dan hasilnya ditimbang untuk mengetahui berat hasil MgSO_4 . Hasilnya dianalisis di Sukovindo. Hasil analisa MgSO_4

Parameter	Hasil analisa
Kadar MgSO_4	45,83%

Skema proses





HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh dari penelitian ini yaitu diperoleh berat hasil kemudian di analisa konsentrasi MgSO_4 , didapatkan kadar sebesar 45,83 %.

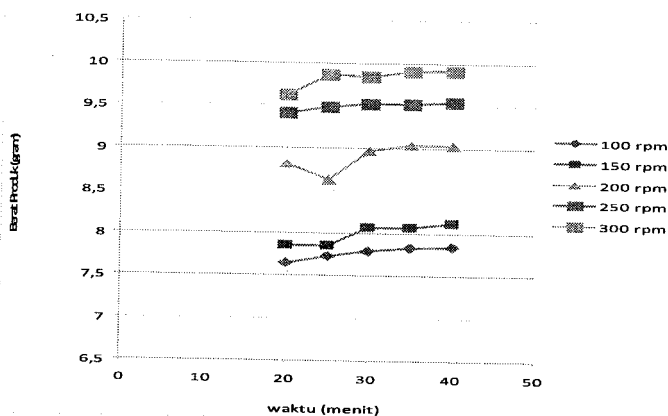
Pengaruh kecepatan pengadukan

Pengaruh kecepatan pengadukan disajikan pada tabel 1.

Tabel 1. Berat MgSO_4 pada perbandingan mol 1 : 1,4 pada berbagai kecepatan pengadukan dan berbagai waktu reaksi.

Waktu reaksi (menit)	Kecepatan Pengadukan (Rpm)	Berat Hasil (gram)	Berat MgSO_4 (gram)
20	100	16,6753	7,6423
	150	17,7166	8,1195
	200	19,2314	8,8137
	250	20,7355	9,5031
	300	21,5231	9,8640
25	100	16,8581	7,7260
	150	17,1325	7,8518
	200	18,5973	8,5231
	250	20,6892	9,4819
	300	20,9927	9,6209
30	100	16,9985	7,7904
	150	17,5288	8,0334
	200	19,5643	8,9663
	250	20,7833	9,5249
	300	21,4642	9,8370
35	100	17,0943	7,8343
	150	17,6009	8,0665
	200	19,7213	9,0383
	250	20,7713	9,5195
	300	21,6118	9,9047
40	100	17,1106	7,8418
	150	17,6112	8,0712
	200	19,6982	9,0276
	250	20,8149	9,5394
	300	21,6339	9,9148

Perbandingan Mol 1 : 1,4



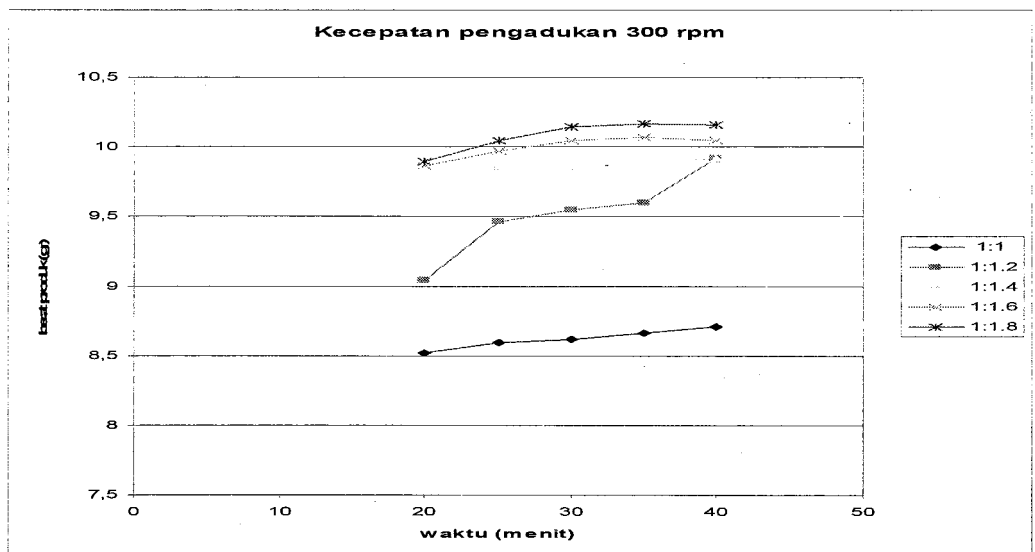
Gambar 1. Hubungan antara berat produk MgSO_4 dengan berbagai waktu reaksi dan kecepatan pengadukan pada perbandingan mol 1 : 1,4.

Dari tabel 1 dan gambar 1 menyatakan bahwa semakin lama waktu reaksi maka semakin besar berat MgSO_4 yang didapat, sampai waktu reaksi 30- 40 menit kenaikan berat MgSO_4 mulai berkurang atau hampir tidak ada kenaikan nya, ini disebabkan karena waktu reaksi telah terlampaui. Semakin besar nilai pengadukan semakin besar pula berat MgSO_4 , karena semakin besar pengadukan maka semakin besar tumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi, sampai putaran pengaduk 250 rpm. Untuk kenaikan selanjutnya yaitu 250 ke 300 rpm nilai kenaikan nya berkurang, hasil tertinggi terdapat pada putaran 300 rpm.

Pengaruh perbandingan mol $\text{Mg}(\text{OH})_2 - \text{H}_2\text{SO}_4$

Tabel 2. Hasil berat MgSO_4 pada berbagai perbandingan mol $\text{Mg}(\text{OH})_2 : \text{H}_2\text{SO}_4$.

Waktu reaksi (menit)	Berat MgSO_4 pada perbandingan mol				
	1:1	1:1,2	1:1,4	1:1,6	1:1,8
20	8,5203	9,0437	9,8645	9,8640	9,8988
25	8,5937	9,4656	9,6209	9,9711	10,0481
30	8,6216	9,5494	9,8370	10,0430	10,1693
35	8,6649	9,6033	9,9045	10,0728	10,1693
40	8,7089	9,9148	10,0464	10,0728	10,1618



Gambar 2. Hubungan antara berat produk MgSO_4 dengan waktu reaksi pada berbagai perbandingan mol dan kecepatan pengadukan 300 Rpm.

Dari tabel 2 dan gambar 2 menunjukkan bahwa hasil terbaik pengadukan 300 Rpm dipakai untuk peubah tetap pada berbagai perbandingan mol, hasilnya menunjukkan semakin lama waktu reaksi maka semakin besar berat produk, semakin besar perbandingan mol maka semakin besar pula berat produk. Pada perbandingan mol 1:1,2 hasilnya meningkat besar, pada perbandingan 1:1,4, 1:1,6, dan perbandingan 1:1,8 peningkatan hasilnya tidak terlalu besar ini disebabkan karena mol yang bereaksi telah tercapai titik optimalnya. Hasil terbaik pada penelitian ini yaitu 22,1729 gram berat MgSO_4 , ini dicapai pada perbandingan mol 1:1,8 dengan waktu reaksi 40 menit.



KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diatas dapat disimpulkan bahwa:

1. Bittern dapat digunakan untuk bahan pembuatan MgSO_4 .
2. Perbandingan mol, kecepatan pengadukan dan waktu reaksi sangat berpengaruh terhadap hasil berat MgSO_4 yang didapatkan.
3. Hasil terbaik pada proses pembuatan MgSO_4 dari bittern yaitu sebesar 10,1618 gram diperoleh pada saat perbandingan mol 1:1,8 dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada temperatur 80°C dan pada waktu reaksi 40 menit.

DAFTAR PUSTAKA

F:\Magnesium_hydroxide.htm

Hapsari, P, Widya. 2006. "Pembuatan $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dari bittern". UPN Veteran Jatim, Surabaya.

Hawley, Gessner G. "The Condensed Chemical Dictionary" edisi 10.

Herawati. 2006. "Kajian pemanfaatan bittern untuk pembuatan pupuk Magnesium Kalium Fosfat (MgKPO_4)". UPN Veteran Jatim, Surabaya.

http://id.wikipedia.org/wiki/Asam_sulfat.

http://id.wikipedia.org/wiki/Natrium_hidroksida

Mc Cabe, Warren L., Smith, Julian C., Harriot., Peter. 1985. "Unit Operation of Chemical Engineering", edisi 4, Mc Graw Hill

Sutiyono. 1995. "Kinetika Reaksi Pemungutan Senyawa Magnesium dalam Bittern dengan Penambahan Kapur Padam secara Sinambung". Program Pasca Sarjana, Universitas Gadjah Mada.

Svehla, G. 1990. "Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro VOGEL". PT. Kalman Medika Pusaka : Jakarta.